



R.W.

(9) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND

DEUTSCHES
PATENTAMT(12) **Offenlegungsschrift**
(10) **DE 196 02 584 A 1**(51) Int. Cl. 6:
G 02 B 6/124
G 02 B 6/132
G 03 F 7/00
// G01J 3/18(21) Aktenzeichen: 196 02 584.2
(22) Anmeldetag: 25. 1. 96
(43) Offenlegungstag: 31. 7. 97

(71) Anmelder:

Müller, Jörg, Prof. Dr.-Ing., 21244 Buchholz, DE;
Sander, Dietmar, Dipl.-Ing., 22301 Hamburg, DE

(72) Erfinder:

gleich Anmelder

(56) Entgegenhaltungen:

US 54 16 861
Applied Optics, Vol.23, No.17, 1984, S. 3004-3009;
Applied Optics, Vol.31, No.12, 1992, S. 2036-2040;

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Miniaturisiertes optisches Dünnenschichtspektrometer und dessen Verfahren zur Herstellung

(55) Die Erfindung betrifft ein miniaturisiertes optisches Dünnenschichtspektrometer, dessen optisch-meßtechnische Merkmale dadurch gekennzeichnet sind, daß es insbesondere für spektrometrische Messungen (z. B. Photometrie) im sichtbaren und ultravioletten Wellenlängenbereich geeignet ist. Die mit der Miniaturisierung allgemein verknüpfte geringere spektrale Auflösung ist hierbei an übliche photometrische Anforderungen bzw. an die spektrale Bandbreite herkömmlicher Interferenzfilter angepaßt. Dadurch ist das Spektrometer insbesondere für den Einsatz bzw. Einbau in Handmeßgeräten oder in handlichen Labormeßgeräten geeignet. Das miniaturisierte optische Dünnenschichtspektrometer weist herstellungstechnisch die besonderen Merkmale auf, in monomodigen optischen Siliziumoxinitrid-Filmwellenleitern als nichtfokussierendes Phasentransmissionsgitter auf Siliziumscheiben (Substrate) realisiert zu werden. Dabei werden ausschließlich standardisierte Abscheide- und Strukturierungsverfahren aus der Mikroelektronik (Mikrosystemtechnik) verwendet, die teilweise einen Mehrscheibenprozeß ermöglichen. S. wohl durch den Einsatz von preiswerten Siliziumsubstraten als auch durch die Fertigung in großer Vielzahl von Spektrometern pr. Substrat (je ein Fertigungszyklus bei einem Einscheibenprozeß) wird eine überaus kostengünstige Massenfertigung gewährleistet.

DE 196 02 584 A 1

Die folgenden Angaben sind direkt vom Anmelder eingetragen und entnommen

BUNDESDRUCKEREI 06.97 702 031/124

DE 196 02 584 A 1

Die Erfindung betrifft die Konstruktion von miniaturisierten optischen Transmissionsgittern in vorzugsweise Siliziumoxinitrid-Dünnenschicht-Wellenleiterstrukturen, die als Mikrospektrometer für spektroskopische Anwendungen eingesetzt werden und deren Verfahren zur Herstellung mit in der Dünnenschichttechnologie üblichen Standardprozessen auf Siliziumsubstraten. Hierbei werden die periodisch angeordneten, beugenden Gitterzähne mit einer Gitterkonstanten $> 1 \mu\text{m}$ (Auflösung von Standardfotolithographieverfahren) nicht als für spektroskopische Anwendungen ungeeignete Wellenleiterlast ausgeführt, sondern das Wellenleitersystem selbst lateral-stufenförmig strukturiert. Insbesondere werden dabei durch die spezielle Konstruktion der in transmittierender Funktion ausgeführten Wellenleitergitter unter Maßgabe von effizienten spektralen Beugungseigenschaften die, die Fertigungsprozesse ursächlich bedingenden Strukturverrundungen der Gittergeometrie und die damit einhergehenden Beugungsintensitätsverluste weitestgehend vermieden (hohe Effizienz) und somit eine kostengünstige Gitterfabrikation auf die Grundlage einer industriellen Fertigung gestellt.

Miniaturierte optische Gitter in Wellenleitern für Breitbandspektroskopie werden z.Z. als Reflektionsgitter in PMMA-, SiO_2 , B_2O_3 , TiO_2 - oder optischen Glas-Wellenleitern [1–4] ausgeführt oder aus einem reinen Glaskern UBK 7 angefertigt [5]. Grundlage des Gitterdesigns und der daraus resultierenden Gitterzahnkonstruktion (ggf. unter Berücksichtigung fokussierender Eigenschaften) ist die Wellenlänge, bei der vorzugsweise in der 1. Ordnung konstruktive Interferenz hoher Effizienz (gebeugte Intensität einer bevorzugten Ordnung dividiert durch die eingestrahlte Intensität je Wellenlängeneinheit) auftritt (Blazewellenlänge). Effiziente optische Reflektionsgitter, die für den für die Umweltanalytik wichtigen sichtbaren Wellenlängenbereich (300–700 nm) ausgelegt sind, weisen daher minimale Gittergeometrien von 100–300 nm bzw. Strukturverrundungsradien von < 50 nm auf. Diese dafür notwendige Strukturauflösung der Fertigung wird durch Interferenzmuster von UV-Lasern und einer damit verbundenen Fotolackbelichtung auf Glaskörpern erzielt [2, 5]. In [1] erfolgt die Herstellung direkt durch hochauflöste Belichtung der PMMA-Wellenleiter mit hochenergetischer und kollimierter Röntgenstrahlung eines Sychrotrons.

Miniaturierte optische Transmissionsgitter in dielektrischen Wellenleitern werden z.Z. als Bragg-Gitter z. B. in DFB-Lasern, für optische Filter oder für fokussierende optische Elemente (chirped gratings) eingesetzt [6, 7]. Da sie einerseits wegen der notwendigen Realisierung kleiner Gitterkonstanten durch Interferenzbelichtung von Fotolack nicht mit einer kostengünstigen Standardfotolithographie hergestellt werden können, andererseits beim Einsatz letzteren das spektrale Dispersionsvermögen (größere Gitterkonstante) signifikant vermindert wird, stellen Bragg-Gitter keine Alternative als disperse optische Elemente für breitbandige spektroskopische Anwendungen dar.

Der o.g. Erfindung liegt daher das Design von miniaturisierten integriert-optischen Transmissionsgittern in einem monomodigen Wellenleitersystem zugrunde, die bei einer Blazewellenlänge von ca. 500 nm (1. Beugungsordnung) und herstellungsbedingt signifikant größeren Strukturverrundungsradien breitbandige, hohe spektrale Effizienzen aufweisen. Der monolithisch-aufgebaute

optische Wellenleiterkern ermöglicht hierbei ein, durch die Herstellungsbedingungen vernachlässigbar limitiertes (Streulichtverhalten) hohes spektrales Auslösungsvermögen.

5 Durch den Einsatz von vorzugsweise Siliziumoxinitridwellenleitern kann der effektive Brechungsindex der Wellenleiter präzise und variabel je nach Materialzusammensetzung eingestellt und dadurch feldangepaßte Wellenleiterkoppler (hoher Kopplungswirkungsgrad) realisiert werden (zwischen $n(\text{SiO}_2) = 1.46$, $n(\text{Si}_3\text{N}_4) = 2$ für $\lambda = 633 \text{ nm}$). Diese bilden die Grundlage von integriert optischen Transmissionsgittern, die durch einen lateral-strukturierten stufenförmig Brechungsindexübergang gekennzeichnet sind. Die konstruktive Interferenz ist hierbei durch die Phasenverschiebung um λ -vielfaches zweier benachbarter Strahlengänge durch unterschiedlich optisch dichtes Medium gegeben Abb. 1 [9]. Da grundsätzlich je nach vertikaler Feldanpassung jede ausbreitungsfähige Wellenleitermode zur Beugung beiträgt bzw. angeregt wird, ist mit dem Einsatz spezieller monomodiger Wellenleiter, die unterdrückende Anregungseigenschaften aufweisen, eine hohe spektrale Auflösung gewährleistet.

25 Im Fall eines effektiven Brechungsindexunterschiedes von 0.5, der sich durch den Übergang eines SiON-Wellenleiters ($n = 1.5$) in Luft ($n = 1$) bzw. eines Si_3N_4 ($n = 2$) zu SiON-Wellenleiters ($n = 1.5$) ergibt, wird konstruktive Interferenz in der 1. Ordnung bei einer minimalen Strukturbreite von $a = 1 \mu\text{m}$ erzielt ($\lambda_{\text{Blaze}} = 500 \text{ nm}$). Gegenüber Reflektionsgittern gleichem Wellenleitersystems vergrößert sich damit die minimale Geometrie der Gitterfacette um einen Faktor von ca. 4. Somit werden trotz gleicher herstellungstechnologisch bedingter Gitterzahnverrundung signifikant höhere Beugungseffizienzen erzielt. Die Wahl von $b = 1 \mu\text{m}$ und der Gitterbreite von 5 mm erfolgt unter Maßgabe der spektralen Abbildungseigenschaften für integriert optische spektroskopische Anwendungen:

- geringer Flächenbedarf
- hohes spektrales Dispersionsvermögen und die damit verbundene hohe spektrale Auflösung
- Transmission nur einer signifikanten Beugungsordnung (Unterdrückung der 0. transmittierten und Reflexion und Ausblendung von höheren Ordnungen: Vermeidung von Blockungsfilters, Reduktion von Streulicht)
- hohe spektrale Effizienz

55 Die dämpfungs- und insbesondere streulichtarmen, monomodigen Wellenleiter ermöglichen Extinktionsmessungen mit hoher Dynamik (ca. 1000 bei $\lambda = 525 \text{ nm}$, Weißlicht einer Halogenlampe) und bei gleichzeitig unterdrücktem mehrmodigen spektralen Beugungsüberlapp [10].

Mit dieser speziellen Konstruktion wird insbesondere den Randbedingungen einer kostengünstigen, reproduzierbaren Herstellung (Strukturverrundungseigenschaften der Gittergeometrietiefenübertragung mittels Dünnenschichttechnologie) der lateralen Gitterzähne des Wellenleiterschichtsystems Rechnung getragen. Somit wird trotz einer für Reflektionsgitter unzureichenden Strukturübertragung bei Gitterzahnverrundung von ca. 300 nm eine spektrale breitbandige Effizienz bei optischen Dünnenschichtspektrometern von ca. 50% erzielt.

Der Erfindung liegt daher zusätzlich das Verfahren zur Herstellung von integriert optischen Transmissionsgittern zugrunde, das, teilweise im Batchbetrieb, durch

wenige in der Halbleitertechnologie übliche Standardprozeßschritte kostengünstig realisiert ist. Als Ausgangsmaterial dienen handelsübliche Siliziumsubstrate beliebiger Dotierung, auf die durch nasse thermische Oxidation ein optisches Superstrat SiO_2 (Dicke: 3 μm) aufgebracht wird. Sowohl die lichtführende als auch die Abdeckschicht werden sukzessiv mit LPCVD-Prozessen bei 930°C abgeschieden. Diesbezüglich können je nach Volumenstromanteilen der zugeführten Prozeßgase aus vorzugsweise (SiCl_2H_2 , NH_3 , O_2) hochwertige optische Siliziumoxinitridschichten variablen Brechungsexponenten hergestellt werden, die sich durch überaus geringe Dämpfungseigenschaften auszeichnen und ein im Vergleich zu optischem Glas idealerweise identisches oder verbessertes Streulichtverhalten aufweisen (Filmdicke ca. 0.6 μm , Abdeckschichtdicke ca. 0.6 μm). Eine danach auf dem Filmwellenleiterpaket durch Kathodenerstäuben abgeschiedene 100 nm dicke Metallschicht aus vorzugsweise Wolfram oder Molybdän vereint folgende Vorteile: Sie dient als widerstandsfähige (geringe Selektivität: Ätzrate der Maske dividiert durch Ätzrate des zu strukturierenden Materials) Metallmaske des SiON -Plasmaätzprozesses in einem vorzugsweise reinen CHF_3 -Plasma zur anisotropen lateralen Gitterstrukturierung. Letztere gewährleistet dadurch die senkrechte Übertragung der Oberflächenmetallmaske zur exakten Tiefenstrukturierung identischen Gittergeometrie. Darüberhinaus ist sie im reinen SF_6 -Plasma überaus leicht zu ätzen (hohe Selektivität) und kombiniert daher in hervorragender Weise die kritische Strukturübertragung einer nur 200–300 nm dicken Fotolackschicht mit einer, durch den Trockenätzprozeß gewährleisteten, vernachlässigbaren Unterätzung bzw. hohen Strukturübertragungsgenauigkeit. Die Wolfram- bzw. Molybdänschicht reflektiert des weiteren das UV-Licht des Belichtungsprozesses nach idealerweise 200–300 nm Weglänge durch den Fotolack (Kontaktolithographieverfahren), so daß der optische Weg um ein Vielfaches gegenüber einer Reflexion an der SiO_2 - Si -Grenzfläche reduziert ist. Diese vorteilhafte Prozeßtechnologie vermeidet daher weitestgehend die durch die Beugung an der Fotomaske grundsätzlich auftretende Fotolackbelichtung unter der Maske und die damit zusätzlich einhergehenden Strukturverzerrungen.

Die hochschmelzende Wolfram bzw. Molybdänschicht wird darüberhinaus als Opferschicht nachfolgender mit LPCVD-Prozessen abgeschiedener optischer Filme eingesetzt. Somit lassen sich in den lateral tiefenstrukturierten Filmwellenleitern feldangepaßte SiON -Wellenleiterübergänge mit unterschiedlichem effektiven Brechungsexponenten in einfacher Weise durch "Lift-off"-Technologie realisieren. Diese Prozeßtechnologie kombiniert auf hervorragende Weise die für Transmissionsgitter notwendigen lateral strukturierten Brechungsexponentensprünge mit klassischen optischen Abbildungssystemen (dielektrische Spiegel, Linsen), die, integriert in hochwertigen optischen Wellenleitern, Basis für optische Mikroanalysesysteme sind.

Die Abb. 1 zeigt den Aufbau eines optischen Transmissionsgitters in einem SiON -Wellenleiter-Luftübergang.

Abb. 2 zeigt ein mit einem externen Detektor kombiniertes Mikrospektrometer mit einem Wellenleiter-Wellenleiterübergang (Abbildungsoptik hier mit einer hyperbolischen Schichtlinse).

[1] Miniaturisiertes Spektrometersystem in LIGA-Technik, C. Müller, J. Mohr, Wissenschaftliche Berichte, FZKA 5609, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH,

Forschung und Technik

- [2] Flat-Field spectrograph in SiO_2 - Si , P. C. Clemens, R. März, A. Reichelt, H. W. Schneider, IEEE Photonics 1992, Technology Letters, Vol. 4, No. 8, p. 886
- [3] Planar Rowland spectrometer for fiberoptic wavelength demultiplexing, H. W. Yen, H. R. Friedrich, R. J. Morrison, G. L. Tangonan, Vol. 6, No. 12, p. 639, J. Opt. Soc. Am. A, Dec. 1981
- [4] Design and performance of a multiple element slab waveguide spectrograph for multimode fiber optic WDM systems, B. A. Capron, M. W. Beranek, R. W. Huggins, D. G. Koshinz, J. Lightwave Technology, Vol. 11, No. 12, p. 2009, Dec. 1993
- [5] MMS Spektalsensoren Carl Zeiss Firmenbroschüre Nov. 1994, Geschäftsbereich Sondertechnik, 73446 Oberkochen
- [6] Comparison of the experimental and theoretical diffraction characteristics of transmission gratings on planar dielectric waveguides, J. M. P. Delavaux, W. S. C. Chang, M. G. Moharam, Appl. Opt., Vol. 24, No. 2, Jan. 85
- [7] Monolithic integrated microgratings and photodiodes for wavelength demultiplexing, T. Suhara, Y. Handa, H. Nishihara, J. Koyama, Appl. Phys. Lett., 40 (2), Jan. 82
- [8] Chirped-grating demultiplexer in dielectric waveguides, A. C. Livanos, A. Katzir, A. Yariv, C. S. Hong, Appl. Phys. Lett., Vol. 30, No. 10, May 77
- [9] Electromagnetic study of transmission gratings, M. Neviere, Appl. Opt. Vol. 30, No. 31, p. 4540, Nov. 1991
- [10] Optical microspectrometer in SiON -slabwaveguides, D. Sander, M. O. Dürker, O. Blume J. Müller, Proc. Spie 2686, OE/LASE, 1996

Patentansprüche

1. Konstruktion eines integriert optischen nichtfokussierenden Transmissionsgitters hoher spektraler Effizienz und Auflösung in monomodigen Dünnschicht-Wellenleitersystemen aus vorzugsweise Siliziumoxinitrid auf Siliziumsubstraten für spektroskopische Anwendungen im sichtbaren Wellenlängenbereich (350–700 nm).
 2. Konstruktion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Dünnschichtwellenleitersystem zur Erzeugung periodisch angeordneter stufenförmiger Gitterzähne mit einer Gesamtlänge > 0.5 mm lateral tiefenstrukturiert wird (Strukturierung des Wellenleiterkerns).
 3. Konstruktion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der effektive Brechungsexponentensprung von 0.35–0.65 durch einen aus vorzugsweise Siliziumoxinitrid (variabel einstellbarer effektiver Brechungsexponent des Wellenleiters zwischen 1.46 und 2.0) ausgeführten Wellenleiter-Luft oder Wellenleiter-Wellenleiter-Übergang besteht.
 4. Konstruktion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die konstruktive Interferenz in der 1. Beugungsordnung mit Blazewellenlängen 350 nm $< \lambda_{\text{Blaze}} < 600$ nm vorliegt.
 5. Konstruktion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Gitterkonstante $d = 1–4 \mu\text{m}$ beträgt.
 6. Konstruktion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als lichtführende Struktur zwischen einer Wellenlänge von 350 und 700 nm monomodige Siliziumoxinitridwellenleiter folgendem Schichtaufbau verwendet werden
- optisches Substrat: Dicke: 2.5–3.5 μm Bre-

- chungsindex: $n = 1.46$
 — optischer Film: Dicke: 0.5—0.8 μm Bre-
 chungsindex: $n = 1.48—1.5$
 — optischer Film für Wellenleiter-Wellenlei-
 ter-Übergang: Dicke 0.5—0.8 μm Brechungs- 5
 index: 1.7—2.0
 — Abdeckschicht: Dicke: 0.5—1 μm Bre-
 chungsindex: $n = 1.46—1.48$, für $\lambda = 500 \text{ nm}$.
7. Verfahren zur kostengünstigen Herstellung von integriert optischen Wellenleiter-Transmissionsgittern mit Verfahren der Dünnschichttechnologie bei denen 10
- auf Siliziumsubstraten ein vorzugsweise aus Siliziumoxinitrid bestehendes Wellenleitersy-
 stem aufgebracht wird 15
 - anschließend eine Wolfram- oder Molyb-
 dänschicht abgeschieden wird
 - letztere durch eine strukturierte Fotolack-
 schicht trockenchemisch geätzt bzw. selbst
 strukturiert und anisotrop in das SiON-Wel- 20
 lenleitersystem übertragen wird
 - optional eine siliziumnitridnahe SiON-Wel-
 lenleiterstruktur zur Erzeugung abbildender
 optischer Elemente abgeschieden wird.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekenn- 25
 zeichnet, daß die Siliziumsubstrate in beliebiger Do-
 tierung thermisch bei 1000°C, 1013 mbar naß oxi-
 diert werden.
9. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekenn- 30
 zeichnet, daß die lichtführende und die Abdek-
 kungsschicht durch einen LPCVD-Prozeß abge-
 schieden werden.
10. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekenn- 35
 zeichnet, daß als LPCVD-Prozeßgase vorzugswei-
 se SiCl_2H_2 , NH_3 und O_2 in unterschiedlichen Volu-
 menstromanteilen bei 900—1000°C und einem Pro-
 zeßdruck von 5—40 mbar verwendet werden.
11. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekenn- 40
 zeichnet, daß eine Metallschicht aus vorzugsweise
 Wolfram oder Molybdän durch Kathodenzerstä-
 uben in einer Dicke von 50—300 nm auf das Wellen-
 leitersystem aufgebracht wird.
12. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekenn- 45
 zeichnet, daß die Fotolithographie im Vakuumkon-
 taktverfahren mit 150—600 nm dickem Standard-
 fotolack und elektronenstrahlgeschriebenen Ori-
 nalfotomasken durchgeführt wird.
13. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekenn- 50
 zeichnet, daß die Wolfram- oder Molybdänschicht
 in einem Trockenätzprozeß aus vorzugsweise ei-
 nem SF_6 -Plasma strukturiert wird, der restliche Fo-
 tolack mit einem O_2 -Plasma entfernt wird.
14. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekenn- 55
 zeichnet, daß das SiON-Wellenleitersystem mit ei-
 nem überaus anisotropen CHF_3 -Plasma zur Her-
 stellung des Transmissionsgitters lateral stufenför-
 mig mit einer Tiefe von 0.5 bis 2.5 μm strukturiert
 wird.
15. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekenn- 60
 zeichnet, daß optional eine weitere SiON-Schicht
 auf der Wolfram- oder Molybdänschicht (-maske)
 und der herausgeätzten Struktur mittels eines
 LPCVD-Prozesses (o.g. Parameter) abgeschieden
 wird.
16. Verfahren nach Anspruch 7 und 15, dadurch 65
 gekennzeichnet, daß die auf der Wolfram- oder
 Molybdänschicht abgeschiedene Schicht durch
 naßchemisches Unterätzen ("lift-off") zur Erzeu-

gung abbildender optischer Elemente entfernt
 wird.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

Abb. 1 optisches Wellenleiter-Tansmissionsgitter

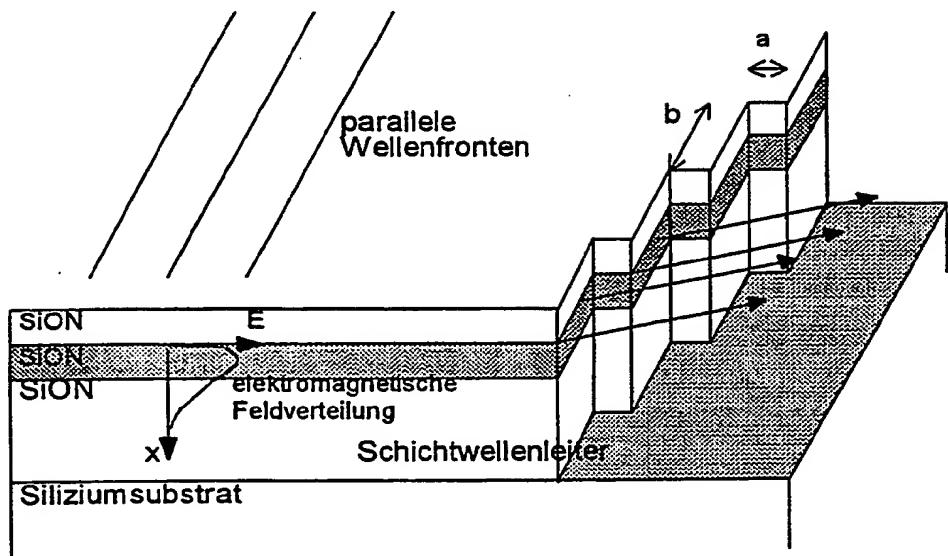


Abb. 2 integriertes Mikrospektrometer mit externer Detektoreinheit

